

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA

PATENTOVÝ SPIS 146895

Právo k využití vynálezu přislouží státu
podle § 3 odst. 6 zák. č. 34/1957 Sb.



URAD PRO PATENTY
A VYNÁLEZY

Přihlášeno 12. II. 1971 (PV 1065-71)

Vyloženo 28. II. 1972

Vydáno 15. I. 1973

INTERNATIONAL REFERENCE LIBRARY
OF SCIENCE AND INVENTION
14 MAR 1973

PT 22 b 3/13

MPT C 09 b 5/04

DT 888.812.55

Dr. Ing. JOSEF ARIENT, DrSc., PARDUBICE

Způsob přípravy 5,8-dimethylpyrazolantronu

1

Vynález se týká způsobu přípravy 5,8-dimethylpyrazolantronu redukcí diazotovaného 5,8-dimetyl-1-aminoantrachinonu.

Přesto, že příprava samotného nealkylovaného pyrazolantronu je předmětem řady vědeckých i patentových prací, příprava jeho C-alkylderivátů není popsána. Jeho 5,8-dimetylderivát připravený podle tohoto vynálezu má obdobné chemické vlastnosti jako základní pyrazolantron, v důsledku působení svých alkylových skupin zlepšuje v barvivěch jejich koloristické vlastnosti.

Způsobem podle tohoto vynálezu se 5,8-

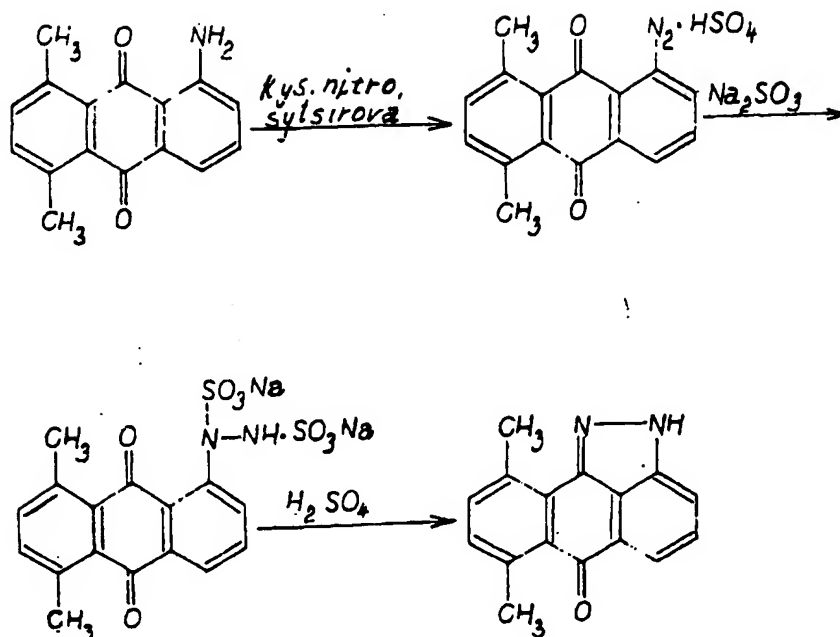
2

dimethylpyrazolantron připravuje z 5,8-dimetyl-1-aminoantrachinonu diazotací a následující redukcí. Diazotace se provádí kyselou nitrosylsírovou. Vzniklý diazoniumsulfát se redukuje se sítčitanem sodným na 5,8-dimetylantrachinonyl-1-hydrazindisulfonan, který se z vodného roztoku izoluje ve formě draselné soli. Zahřátím v prostředí kyseliny sírové se hydrazindisulfonan draselný hydrolyzuje a přechodně vzniklý dimetylantrachinonyl-1-hydrazin se současně cyklisuje na 5,8-dimethylpyrazolantron.

Best Available Copy

146895

146895



Všechny reakční stupně probíhají hladce a kvalita dimethylpyrazolontrou je postačující pro přípravu většiny barviv. Produkt je možno přecistit sublimací.

Príklad

Do 150 g 94% kyseliny sírové se vnese za míchání 7,2 g dusičnanu sodného při maximální teplotě 40 °C. Po úplném rozpouštění se nitrosylsírová kyselina ochladí na 15–17 °C a vnese se do ní 22,3 g 5,8-dimetyl-1-aminoantrachinonu. Zvolna se zahřeje na 30–35 °C a za míchání se udržuje na této teplotě 4 hodiny. Po ukončení diazotace (zkouška na Kj-škrobový papírek) se reakční směs vlije do 400 ml vody a 200 g ledu při teplotě 25 °C. Vyloučený diazoniumsulfát se odfiltruje na nůči a třikrát promyje 20 ml 30% roztoku kuchyňské soli. První promývací podíl se jímá k hlavním filtrátu, ostatní se zpracují jako odpadní vody. K filtrátu (celkový objem 600 ml) se přidá 80 g kuchyňské soli a 5 g chloridu zinečnatého. Vyloučená podvojná sůl diazolatky s chloridem zinečnatým se odfiltruje, promyje asi 50 ml konc. roztoku NaCl a

přidá k hlavnímu podílu. Pasta diazolatky se vnese během 1 hodiny do roztoku sířičitanu sodného připraveného snížením 31,2 g NaHSO_3 ve formě 78 g 40% roztoku s 30 ml 10N louhu sodného, 450 ml vody a 50 g ledu. Teplota během vnašení diaza je 17 až 30 °C. Míchá se přes noc, roztok musí být stále alkalický na brilliant. Příští den se zahřeje na 75 °C. Po rozpuštění všech komponent se přidá 3 g aktivního uhlí a roztok se za tepla skleruje. Aktivní uhlí se na filtru promyje teplou vodou, filtrát se za tepla vysolí 70 g KCl a ponechá se zvolna zchladnout na 20 °C. Vyloučená draselná sůl hydrazinsulfonátu se odsaje a suší ve vakuu při 50–60 °C. Vysušený produkt se zvolna a za míchání vnese do 240 g kyseliny sírové konc. při teplotě 40–50 °C a na této teplotě se vzniklý roztok udržuje 6–7 hodin. Teplota se zvýší na 90–95 °C a po hodinovém zahřívání na této teplotě se ochladí na 75 °C. Přikape se 240 ml vody, přičemž se teplota udržuje na 80 °C. Ochladí se na 25 °C a vyloučený dimethylpyrazolanton se odfiltruje na fritě. Promyje se vodou do neutrální reakce a suší ve vakuu při 100 °C.

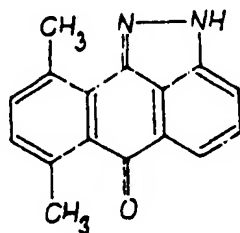
Výtěžek je 19,8 g 99% produktu.

Výtěžek je 19,8 g 99% produktu.

Best Available Copy

PŘEDMĚT PATENTU

Způsob přípravy 5,8-dimetylpyrazolantro-
nu vzorce



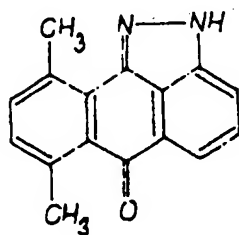
vyznačený tím, že 5,8-dimetyl-1-aminoantra-
chínón se diazotuje dusičnanem sodným v
prostředí kyseliny sírové, vzniklá diazoniová
sůl se redukuje roztokem sířičitanu sodného
v alkalickém prostředí a redukční produkt
se izoluje jako 5,8-dimetylantrachínón-1-
hydrazindisulfonát draselný, který se kon-
centrovanou kyselinou sírovou při 90—95 °C
cyklisuje na 5,8-dimetylpyrazolantron.

Best Available Copy

Severografis, a. p., provozovna 32 Most

PŘEDMĚT PATENTU

Způsob přípravy 5,8-dimethylpyrazolantronu vzorce



vyznačený tím, že 5,8-dimetyl-1-aminoantrachinon se diazotuje dusičnanem sodným v prostředí kyseliny sírové, vzniklá diazoniová sůl se redukuje roztokem siřičitanu sodného v alkalickém prostředí a redukční produkt se izoluje jako 5,8-dimetylantrachinon-1-hydrazindisulfonem draselný, který se koncentrovanou kyselinou sírovou při 90—95 °C cyklisuje na 5,8-dimethylpyrazolantron.

Severogralia, s. p., pravežovos 32 Most